

TÍTULO DE PATENTE NO. 205074

Titular(es):	PPG INDUSTRIES OHIO, INC.
Domicilio(s):	3800 West 143 rd. Street, 44111, Cleveland, OH, E.U.A.
Denominación:	TRATAMIENTO SUPERFICIAL REPELENTE DE AGUA AUTOFOBICO.
Clasificación:	Int.Cl.6: C03C17/30
Inventor(es):	GEORGE B. GOODWIN

SOLICITUD

Requiere

Posamericana de
Patentes y Marcas, S.C.

17 OCT. 2002

IFE: 25371079

NEREO GTZ. J.

Número:	Fecha de presentación:	Hora:
PA/a/1996/002081	31 de mayo de 1996	12:01

PRIORIDAD

País:	Fecha:	Número:
US	1 de junio de 1995	458149

ESTA PATENTE CONCEDE A SU TITULAR EL DERECHO EXCLUSIVO DE EXPLOTACIÓN DEL INVENTO RECLAMADO EN EL CAPÍTULO REIVINDICATORIO Y TIENE UNA VIGENCIA DE VEINTE AÑOS IMPRRORROGABLES CONTADOS A PARTIR DE LA FECHA DE PRESENTACIÓN DE LA SOLICITUD.

Fecha de expedición: 8 de noviembre de 2001

LA SUBDIRECTORA DIVISIONAL DE EXAMEN DE FONDO

Chelapiego
M. EN C. EMELIA HERNANDEZ PRIEGO.

Título de patente normal



PA/2002/5115

TRATAMIENTO SUPERFICIAL REPELENTE DE AGUA AUTOFÓBICO

REFERENCIA CRUZADA A SOLICITUD RELACIONADA

5 Esta solicitud es una continuación en parte de la
Solicitud EE.UU. N° de Serie 08/220.353, presentada el 30 de
Marzo de 1994, que es una continuación en parte de la
Solicitud EE.UU. N° de Serie 07/589.235, presentada el 28 de
Septiembre de 1990, ahora Patente EE.UU. N° 5.308.705, que es
una continuación en parte de la Solicitud N° de Serie
10 07/503.587, presentada el 3 de Abril de 1990, ahora Patente
EE.UU. N° 4.983.459.

ANTECEDENTES

La presente invención se relaciona en general con
la técnica de el tratamiento de superficies y, más
15 concretamente, con la técnica de producción de una superficie
repelente de agua en diversos substratos y, más
concretamente, con la producción de dicha superficie
repelente de agua sin aplicar un exceso de material que haya
de ser eliminado.

20 La Patente EE.UU. N° 4.724.022 de Armstrong
describe un método mejorado de preparación de una superficie
de liberación de vidrio útil en la fabricación de montajes de

ventanas antilacerativos por tratamiento de la superficie del vidrio con (heptadecafluoro-1,1,2,2-tetrahidrodecil)-1-triclorosilano.

La Solicitud de Patente Europea N° 92107814.3
5 (Número de Publicación 0 513 690 A2) de Yoneda y col. describe un substrato tratado superficial que tiene al menos dos capas superficiales tratadas donde la primera capa externa se obtiene por tratamiento con un compuesto formador
10 de una superficie que tiene un ángulo de contacto de al menos 70° frente al agua y la segunda subcapa se obtiene por tratamiento con al menos un compuesto de silano reactivo seleccionado entre compuestos de isocianato silano y compuestos de silano hidrolizables.

Las Patentes EE.UU. N° 4.983.459 y N° 4.997.684
15 de Franz y col. describen un artículo y un método, respectivamente para obtener una superficie duradera no humectable sobre vidrio mediante tratamiento con un perfluoroalquilal-
quilsilano y un telómero de olefina fluorada.

La Patente EE.UU. N° 5.308.705 de Franz y col.
20 describe la obtención de propiedades de superficie no humectable en substratos distintos del vidrio mediante

tratamiento con un perfluoroalquilalquilsilano y un telómero de olefina fluorada.

La Patente EE.UU. N° 5.328.768 de Goodwin describe un substrato de vidrio cuya superficie es tratada primeramente con una capa cebadora de sílice y en segundo
5 lugar con un perfluoroalquilalquilsilano.

La Patente EE.UU. N° 5.368.892 de Berquier describe una lámina de vidrio no humectable consistente en una capa hidrofóbica, oleofóbica y resistente a UV y un
10 procedimiento para la fabricación de la misma, que incluye la limpieza del vidrio, el contacto del vidrio con una solución que contiene un organosilano fluorado en un sistema solvente no polar a una temperatura que varía entre -10°C y 25°C durante al menos 5 minutos y el aclarado.

15 DESCRIPCIÓN DEL DIBUJO

La Figura 1 ilustra el ángulo de contacto de una gota de líquido en función de la tensión superficial del solvente en dinas por centímetro sobre substratos que tienen varias energías libres superficiales, medidas en dinas por
20 centímetro.

La Figura 2 ilustra el ángulo de contacto de una gota de líquido en función de la energía libre superficial en

dinas por centímetro de diversos fluidos, cuyas tensiones superficiales son medidas en dinas por centímetro.

RESUMEN DE LA INVENCION

La presente invención proporciona una superficie de sustrato con una alta repelencia al agua y una alta lubricidad. Se puede conseguir una repelencia duradera al agua y a la suciedad de una superficie de sustrato aplicando a la superficie del sustrato una composición consistente en un compuesto perfluoroalquilalquilsilano y un solvente que hace que el tratamiento superficial sea autofóbico, es decir, que la composición humedece inicialmente la superficie del sustrato y, a medida que la superficie de sustrato queda tratada con el perfluoroalquilalquilsilano, la composición es repelida por la superficie de sustrato tratada. La composición consiste en al menos un solvente para el perfluoroalquilalquilsilano. La composición consiste en al menos un solvente que tiene un punto de ebullición suficientemente alto para evitar la completa evaporación de solvente tras la aplicación del perfluoroalquilalquilsilano y una tensión superficial al menos 5 dinas por centímetro mayor que la energía libre superficial de la superficie tratada con

perfluoroalquilalquilsilano. La composición puede incluir un solo solvente o una mezcla de solventes.

DESCRIPCIÓN DE LA REALIZACIÓN PREFERIDA

Se aplica una composición consistente en perfluoroalquilalquilsilano y solvente según la presente invención a la superficie de un substrato para producir un artículo de tratamiento superficial. La composición de perfluoroalquilalquilsilano y solvente es preferiblemente empleada como suspensión o solución, preferiblemente en un solvente para el perfluoroalquilalquilsilano. La solución preferida de la presente invención es aplicada a una superficie de substrato por cualquier técnica convencional, tal como inmersión, flujo, paño o pulverización. La composición humedece inicialmente la superficie, normalmente durante aproximadamente 0,2 a 2 segundos, hasta que la superficie tratada se hace lo suficientemente no humectante como para repeler el resto de la composición. A medida que el perfluoroalquilalquilsilano reacciona con la superficie y la superficie tratada repele el resto de la composición, se puede eliminar fácilmente cualquier exceso de composición, por ejemplo limpiando con un paño, sin deposición de ningún exceso de silano como fina película turbia que sea difícil de

eliminar y requiera un significativo esfuerzo para ser eliminada.

Los perfluoroalquilalquilsilanos preferidos tienen la fórmula general $R_mR'_nSiX_{4-m-n}$, donde R es un radical perfluoroalquilalquilo, m es típicamente uno, n es típicamente cero o uno y m+n no es mayor de 3, R' es un radical vinilo o alquilo, preferiblemente metilo, etilo o propilo y X es preferiblemente un radical tal como halógeno, aciloxi y/o alcoxi. Los radicales perfluoroalquilalquilo preferidos consisten preferiblemente en restos perfluoroalquilo que varían de CF_3 a $C_{30}F_{61}$, preferiblemente C_6F_{13} a $C_{16}F_{33}$ y, más preferiblemente, C_8F_{17} a $C_{10}F_{21}$. El resto alquilo del radical perfluoroalquilalquilo es preferiblemente etilo. Como radicales preferidos para X se incluyen radicales cloro, bromo, yodo, metoxi, etoxi y acetoxi. Como perfluoroalquiletilsilanos preferidos según la presente invención se incluyen perfluoroalquiletiltriclorosilano, perfluoroalquiletiltrimetoxisilano, perfluoroalquiletiltriacetoxisilano, perfluoroalquiletildicloro(metil)silano y perfluoroalquiletildietoxi(metil)silano.

Estos perfluoroalquiletilsilanos parecen reaccionar con sitios de unión en la superficie del sustrato

sobre una base molecular. La fuerte unión superficial de los perfluoroalquiletilsilanos produce una superficie de substrato duradera que exhibe un elevado ángulo de contacto con una gota de agua, lo que indica una elevada repelencia al agua. La composición de perfluoroalquilalquilsilano puede consistir además en un silano hidrolizable capaz de condensación hidrolítica para formar un gel de sílice que actúe como cebador integral. Los silanos hidrolizables preferidos incluyen organosilanos totalmente hidrolizables, tales como tetrahalosilanos, particularmente tetraclorosilano, SiCl_4 .

Como solventes adecuados se incluyen los que tienen puntos de ebullición relativamente elevados, preferiblemente por encima de 65°C , y tensiones superficiales mayores que la energía libre superficial de la superficie de substrato tratada con perfluoroalquilalquilsilano en al menos 5 dinas por centímetro (dinas/cm). El solvente puede ser un único solvente, o una mezcla de solventes, consistente en al menos un solvente para el perfluoroalquilalquilsilano y al menos un solvente que tenga las anteriores propiedades. También son adecuadas las mezclas de solventes que tengan al menos un componente que tenga un punto de ebullición elevado

y o bien tengan tensiones superficiales de fluido que sean al menos 5 dinas/cm superiores a la superficie de sustrato tratada con perfluoroalquilalquilsilano o bien cambien por evaporación selectiva durante el tratamiento de la superficie de sustrato hasta que la tensión superficial del fluido sea al menos 5 dinas/cm mayor que la energía libre de la superficie de sustrato tratada con perfluoroalquilalquilsilano. Como solventes y sistemas de solventes preferidos se incluyen los que son apróticos, es decir, sin -OH, -NH o -SH, que pueden reaccionar con grupos hidrolizables en el perfluoroalquilalquilsilano y tienen tensiones superficiales mayores que la energía libre superficial de la superficie tratada o son capaces de evaporación selectiva para formar un sistema solvente con una tensión superficial mayor que la energía libre superficial de la superficie tratada.

Como solventes adecuados se incluyen solventes de alto punto de ebullición y alta tensión superficial de las siguientes familias: alcanos normales, cíclicos e isoparafínicos tales como hexano, heptano, ciclohexano, octano, hexadecano y mezclas tales como alcohólicos minerales y solventes Isopar (producto de Exxon); alquenos tales como limoneno; hidrocarburos aromáticos tales como tolueno y

xilenos; éteres de alto punto de ebullición, tales como éter n-butílico; cetonas tales como ciclopentanona, ciclohexanona y metilisobutilcetona; hidrocarburos halogenados tales como tricloroetano y clorobenceno. Como solventes adecuados, particularmente en mezclas de solventes, se pueden incluir isopropanol, etanol, hexano, heptano, alcohólicos minerales, acetona, tolueno y nafta. Son solventes preferidos los alcanos de alto punto de ebullición, tales como octanos, decanos, dodecanos y sus mezclas; los solventes hidrocarbonados halogenados, tales como triclorotrifluoroetano y cloruro de metileno, y compuestos orgánicos perfluorados, tales como perfluorocarbonos. Son solventes preferidos, por consideraciones de transporte, los que no tienen puntos inflamabilidad o los que tienen puntos de inflamabilidad por encima de 140°F (60°C). Como solventes preferidos se incluyen 1,1,1-tricloroetano, alcanos tales como dodecano y hexadecano y mezclas comerciales tales como los solventes Isopar, grados L, M y V, de Exxon Corp. En todos los casos, el solvente o un componente de la mezcla de solventes, preferiblemente de una concentración de al menos un 1 por ciento, es de un punto de ebullición suficientemente

elevado como para no evaporarse en aproximadamente un minuto de aplicación del revestimiento.

Algunos solventes adecuados, junto con sus propiedades de tensión superficial, temperatura de ebullición y punto de inflamabilidad, aparecen en la lista de la siguiente Tabla.

Solventes adecuados	Tensión superficial (Dinas/cm)	n	Punto de ebullición (°C)	Punto de inflamab. (°F)
hexano	18,4		69	-10
heptano	19,7		96	30
ciclohexano	25,5		81	-1
octano	21,8		126	60
alcohólicos minerales	25,3		177	~135
nafta VM&P	22		127	
dodecano	25,4		216	160
hexadecano			287	275
Isopar C	21,2		98-104	19
Isopar E	22,5		118-137	45
Isopar G	23,5		160-174	106
Isopar H	24,9		178-188	129
Isopar K	25,9		177-197	135
Isopar L	25,9		191-207	147
Isopar M	26,6		223-252	196
Isopar V	30,8		273-311	264
limoneno			178	119
tolueno	28,5		110	40
o-xileno	30,1		144	90
éter n-butilico	22,9		142	77
ciclopentanona			131	87
ciclohexanona	35,2		155	116
metilisobutil-cetona	24,5		115	56
1,1,1-tricloroetano	25,8		74	ninguno
clorobenceno	33,6		132	75

Si el perfluoroalquilalquilsilano consiste en grupos fácilmente hidrolizables, tales como cloro, el solvente preferiblemente excluye agua y alcoholes tales como etanol e isopropanol, que pueden reaccionar con el perfluoroalquilalquilsilano, dejándole menos capaz de reaccionar con la superficie del sustrato. Para los perfluoroalquilalquilsilanos particularmente preferidos, tales como los perfluoroalquilalquildicloro- y triclorosilanos, el solvente o mezcla de solventes es preferiblemente anhidro. Los solventes pueden pasar a través de agentes secantes convencionales, tales como sulfato de magnesio anhidro o gel de sílice. Diversos solventes preferidos, tales como los alcanos de alto punto de ebullición, pueden incluir un agente secante reactivo, tal como cloruro de tionilo, para eliminar cualquier traza de agua que pudiera de otro modo reaccionar con el perfluoroalquilalquilsilano.

El cloruro de tionilo (SOCl_2) es un miembro de una clase de agentes secantes reactivos. La mayor parte de los agentes secantes funcional formando complejo con el agua presente en el solvente. El agua está aún presente en los sistemas que se basan en la formación de complejos. Los agentes secantes reactivos, para la presente invención, son

aquéllos que reaccionan con el agua para formar otros compuestos que no contienen agua y, preferiblemente, no producen otros restos que contengan -OH y que sean reactivos con clorosilanos. Otros agentes secantes reactivos incluyen
5 monocloruro de azufre (S_2Cl_2), pentacloruro de fósforo (PCl_5), cloruro de sulfurilo (SO_2Cl_2) y tricloruro de fósforo (PCl_3).

Se prefieren concentraciones de aproximadamente un 0,005 a 50, preferiblemente aproximadamente un 0,05 a 5, por cien de perfluoroalquilalquilsilano en el solvente o
10 mezcla de solventes. La composición es preferiblemente aplicada a la superficie de substrato por medio de un paño, inmersión o pulverización, seguido de eliminación soplando aire, drenaje por gravedad o limpieza con un paño, mientras que algo de la composición permanece sobre la superficie
15 tratada en una forma que es repelida por la superficie tratada debido a que el resto de solvente tiene una tensión superficial significativamente mayor, preferiblemente al menos 5 dinas/cm mayor, que la energía libre superficial de la superficie tratada. Esta retracción del solvente de la
20 superficie tratada proporciona una recogida y eliminación fácil del resto de la composición sin deposición de una película fina de componente perfluoroalquilalquilsilano en

exceso, que forma una turbidez que puede ser difícil de eliminar y que puede requerir más tiempo y esfuerzo para ser eliminada que el tiempo necesario para la aplicación de la composición.

- 5 Después de que se haya evaporado cualquier resto de solvente, preferiblemente simplemente secando al aire a temperatura ambiente, el perfluoroalquilalquilsilano puede ser curado para formar un revestimiento más duradero. Preferiblemente, el curado es llevado a cabo calentando la
- 10 superficie tratada con perfluoroalquilalquilsilano. Típicamente, se prefieren temperaturas de curado de al menos 150°F (aproximadamente 66°C), particularmente superiores a 200°C (aproximadamente 93°C). Es adecuado un ciclo de curado de aproximadamente 200°F (aproximadamente 93°C) durante
- 15 aproximadamente 30 minutos. Pueden ser más eficientes temperaturas superiores y tiempos de calentamiento más cortos. Un ciclo de curado de 2 a 5 minutos a 400 a 500°F (aproximadamente 204 a 260°C) pueden ser preferidos, particularmente aproximadamente 3 minutos a aproximadamente
- 20 470°F (aproximadamente 243°C).

Lós ángulos de contacto aquí citados son medidos por el método de la gota sesil utilizando un indicador de

burbuja cautiva modificado fabricado por Lord Manufacturing, Inc., equipado con óptica Gaertner Scientific Goniometer. La superficie que ha de ser medida es colocada en una posición horizontal, mirando hacia arriba, en frente de una fuente de luz. Se coloca una gota de agua en la parte superior de la superficie en frente de la fuente de luz, de tal manera que se pueda ver el perfil de la gota sesil, y se mide el ángulo de contacto a través del telescopio del goniómetro equipado con graduación transportadora circular.

La Figura 1 muestra que fluidos con tensión superficial muy baja, tales como perfluorocarbonos, pueden humedecer fácilmente las superficies tratadas, incluso las más repelentes. Durante la aplicación de revestimientos de perfluoroalquiletiltriclorosilano por medio de un paño, la energía libre superficial disminuye generalmente de aproximadamente 73 dinas/cm para la superficie de vidrio a aproximadamente 12 dinas/cm para la superficie de vidrio tratada con perfluoroalquilalquilsilano. durante este tiempo, un sistema solvente con una tensión superficial constante de aproximadamente 20 a 70 dinas/cm muestra una humectación inicial de la superficie, seguido de deshumectación después de que la superficie ha sido parcialmente revestida. La

Figura 1 ilustra que, eligiendo una tensión superficial de solvente y moviendo desde el eje de las x hacia arriba, a medida que el revestimiento es aplicado y que la energía libre superficial disminuye, el ángulo de contacto del solvente sobre el revestimiento aumenta.

La Figura 2 ilustra más claramente que, para una superficie modificada para que sea más repelente, los fluidos con tensión superficial mayor de aproximadamente 20 dinas/cm resultan repelidos por la superficie, mientras que un fluido con una tensión superficial de aproximadamente 15 dinas/cm aún tienen un ángulo de contacto bajo. Ángulos de contacto superiores reducen la velocidad de evaporación de los solventes debido a "formación de perlas", que reduce el área superficial de la gota, lo que, a su vez, reduce la velocidad de evaporación del solvente. Además, a medida que el solvente forma perlas, la superficie repele más el solvente, lo que permite separar con una toalla de papel el solvente limpiamente de la superficie.

La presente invención será mejor comprendida a partir de las descripciones de ejemplos específicos que se dan a continuación.

EJEMPLO 1

Se prepara una primera solución de revestimiento consistente en un 1,2 por ciento en peso de perfluoroalquiletiltriclorosilanos, donde el alquilo consiste primariamente en longitudes de cadena de C_6 a C_{18} , en un sistema solvente consistente en pesos iguales de triclorotrifluoroetano Freon^(R) TF (Freon es una marca comercial registrada de DuPont) y hexadecano. Se prepara una segunda solución de revestimiento como antes, excepto porque el solvente consiste enteramente en Freon TF. Estas dos soluciones fueron utilizadas para hacer que muestras de vidrio de flotación repelieran el agua por un simple procedimiento de limpieza con paño. Durante la aplicación de las dos soluciones, la segunda solución de revestimiento aplicada con un paño sobre la superficie de vidrio como cera y dejó una película de exceso de material, mientras que la primera solución de revestimiento, en un corto espacio de tiempo desde la aplicación, fue repelida de la superficie tratada suficientemente como para hacer que la solución "formara perlas"; el hexadecano no se evaporó fácilmente debido a su alto punto de ebullición. La primera solución "transformada en perlas" fue fácilmente eliminada por simple limpieza con un paño. La eliminación del exceso de material de la segunda solución de

revestimeinto requeria solvente, toallas extra y un considerable esfuerzo de pulimentación.

Los cupones de vidrio tratados superficialmente fueron expuestos a humedad de condensación en la Cabina de Condensación de Cleveland (CCC), con condensación constante de vapor de agua a 140°F (60°C). Se mide la eficacia del tratamiento por el ángulo de contacto formado por una gota de agua sobre la superficie. En la siguiente tabla se dan los resultados.

10

Ángulo de contacto (°)		
CCC (horas)	Primera solució	Segunda solución
0	103	105
48	106	103
119	109	107
377	112	110
544	106	107
783	98	102
948	81	89
1138	75	82

Los anteriores resultados indican una duración similar del revestimiento proporcionado por las dos formulaciones. Sin embargo, la primera solución era

15

significativamente más fácil de aplicar debido a la naturaleza repelente de la superficie tratada una vez que se evaporó el componente de baja tensión superficial y bajo punto de ebullición (Freon TF).

5

EJEMPLO 2

Se revistieron varios cupones de vidrio con soluciones de revestimiento para hacer que el vidrio fuera hidrofóbico. Cada solución de revestimiento se basaba en los mismos perfluoroalquiletiltriclorosilanos utilizados en el Ejemplo 1, pero se variaron los solventes y las concentraciones. Algunas de las muestras fueron expuestas a las condiciones atmosféricas en exposición Pittsburgh exterior inclinadas 45° hacia el horizonte, de cara al sur. Los cupones tratados fueron evaluados por los ángulos de contacto de diversos solventes sobre estas superficies tratadas. La energía libre superficial (ELS) fue calculada mediante el uso de los ángulos de contacto del yoduro de metileno y del agua para cada superficie de vidrio, según describen Owens y Wendt (J. Appl. Poly. Sci. 1969, 13, 1741). Las superficies tratadas más repelentes son las representadas por bajas energías libres superficiales, tales como 12,6 dinas/cm. La superficie tratada más expuesta a las

10

15

20

condiciones atmosféricas tiene la energía libre superficial más alta, 47,3 dinas/cm; esta superficie tratada es aún significativamente repelente de agua, exhibiendo un ángulo de contacto de 56°. En las Figuras 1 y 2 se ilustran los datos de los ángulos de contacto.

EJEMPLO 3

Se prepararon cuatro soluciones como sigue. Se preparó la Solución A disolviendo un 0,5 por cien en peso de cada de tetracloruro de silicio y perfluorooctiletiltriclorosilano en solvente Isopar L, una mezcla de hidrocarburos de Exxon Corp., que tiene una tensión superficial de 25,9 dinas/cm y un rango de temperatura de ebullición de 191 a 207°C. Se preparó la Solución B disolviendo un 0,5 por cien en peso de cada de tetracloruro de silicio y perfluorooctiletiltriclorosilano en Fluorinert FC-77, un solvente fluorado de 3M Corp., que tiene una tensión superficial de 15,0 dinas/cm y un punto de ebullición de 97°C. Se preparó la Solución C disolviendo un 0,5 por ciento en peso de perfluorooctiletiltriclorosilano en Isopar L y se preparó la Solución D disolviendo un 0,5 por ciento en peso de perfluorooctiletiltriclorosilano en Fluorinert FC-77. Se aplicó con un paño cada solución sobre cupones de vidrio, que

habían sido pulidos con un agente pulimentador de alúmina para obtener una superficie limpia, a 63°F (17°C) y aproximadamente un 70 por cien de humedad relativa. Se midió la cantidad de turbidez con un pacific Scientific XL211 Hazegard System. Niveles de turbidez de un 0,0 a 0,1 por ciento no son generalmente observables a simple vista y los substratos tratados con este nivel de turbidez pueden ser considerados transparentes con fines de visión normal. Los valores de turbidez de vidrio tratado con las cuatro soluciones aparecen en la siguiente lista:

Solución	SiCl_4 (% peso)	$\text{C}_8\text{F}_{17}\text{C}_2\text{H}_5\text{SiCl}_3$ (% peso)	Solvente (% peso)	Solvente	Turbidez (%)
A	0,5	0,5	99	Isopar L	0,1
B	0,5	0,5	99	FC-77	8,1
C	0	0,5	99,5	Isopar L	0,0
D	0	0,5	99,5	FC-77	11,8

Tal como puede verse por los datos anteriores, las soluciones B y D, que utilizaban un solvente fluorocarbonado de bajo punto de ebullición (Fluorinert FC-77), tenían niveles significativos de turbidez, mientras que las soluciones A y C, que utilizaban un solvente hidrocarbonado de alto punto de ebullición (Isopar L) no. El mayor punto de

ebullición y la mayor tensión superficial del solvente hidrocarbonado (Isopar L) dieron lugar a esta diferencia significativa de turbidez.

EJEMPLO 4

5 Se preparó una solución consistente en 99 gramos de solvente hidrocarbonado de alto punto de ebullición (Isopar L), 0,5 gramos de cloruro de tionilo (SOCl_2) y 0,5 gramos de perfluoroalquiletiltriclorosilanos, donde el resto perfluoroalquilo consiste primariamente en C_6F_{13} a $\text{C}_{18}\text{F}_{37}$. Se
10 utilizó esta solución para hacer que el vidrio de flotación fuera repelente de agua mediante un simple procedimiento de limpieza con paño. Durante la aplicación de la solución, la solución fue suficientemente repelida como para hacer que la solución "formarse perlas" y fuese fácilmente eliminada de la
15 superficie sin deposición de un exceso observable de material siloxano. Se utilizó el cloruro de tionilo para secar el solvente hidrocarbonado. Se expusieron los cupones de vidrio tratados superficialmente a humedad de condensación en la
20 Cabina de Condensación de Cleveland (CCC), condensando constantemente el vapor de agua a 140°F (60°C) y se expusieron también a luz UV y humedad cíclicas en un QUV Tester, con ciclos de 8 horas de UV a una baja humedad relativa en una

temperatura de panel negro de 65°C, seguido de 4 horas de una humedad relativa de casi el 100 por cien a 50°C. Se mide la eficiencia del tratamiento superficial con perfluoroalquilalquilsilano por el ángulo de contacto formado por una gota de agua sobre la superficie del substrato tratada. En la siguiente tabla se dan los resultados.

Ángulo de contacto (°)

Exposición CCC (horas)	Superficie de estaño	Superficie de la atmósfera
0	117	117
188	80	86
355	72	76

Ángulo de contacto (°)

Exposición QUVB-313 (horas)	Superficie de estaño	Superficie de la atmósfera
0	118	118
185	109	114
351	101	113

10

Los ejemplos anteriores son ofrecidos para ilustrar la presente invención. Se pueden aplicar diversos perfluoroalquilalquilsilanos, organosilanos, solventes y concentraciones por cualquier técnica convencional y,

eventualmente, curar a temperaturas adecuadas durante tiempos adecuados para proporcionar superficies no humectantes duraderas a cualquiera de una variedad de substratos de vidrio y plástico, así como otras superficies inorgánicas tales como metales, cerámica, esmaltes y películas de metal u óxido de metal. Los substratos tratados de la presente invención son especialmente adecuados en partes de automóviles y de otros vehículos, incluyendo aviones, así como en componentes de construcción, lentes antirreflectantes y placas de cubierta de TRC.

Reivindicaciones

1. Una composición para producir una superficie no humectante sobre un sustrato, que comprende un silano de perfluoroalquilalquilo seleccionado de los compuestos que tienen la fórmula general $R_mR'_nSiX_{4-m-n}$, en donde R es un radical de perfluoroalquilalquilo, R' es un radical de alquilo o vinilo, m es 1, n es 0 ó 1 y X es seleccionado del grupo que consiste en radicales de halógeno, alcoxi y aciloxi, en donde la parte de perfluoroalquilo del radical de perfluoroalquilalquilo es seleccionada de CF_3 a $C_{30}F_{61}$ en un solvente, dicho solvente consiste esencialmente en un solvente aprótico que tiene una tensión de superficie al menos de 5 dinas por centímetro más alta que la energía libre de superficie del sustrato, un punto de ebullición lo suficientemente alto para prevenir la evaporación del solvente durante la aplicación de la composición a la superficie del sustrato, y seleccionado del grupo que consiste en tolueno, nafta, clorobenceno, éteres, cetonas, compuestos orgánicos perfluorados y mezclas de éstos.

2. La composición de acuerdo con la reivindicación 1, en donde dicho solvente comprende un solvente seleccionado del grupo que consiste en tolueno, éter de n-butilo, acetona,

ciclopentanona, ciclohexanona, metil-isobutil-cetona, clorobenceno de nafta, perfluorocarbonos y mezclas de éstos.

3. La composición de acuerdo con la reivindicación 2, en
5 donde el solvente tiene un punto de ebullición al menos de 65°C.

4. La composición de acuerdo con la reivindicación 3, en
donde R' es seleccionado del grupo que consiste en metilo,
10 etilo, vinilo y propilo.

5. La composición de acuerdo con la reivindicación 4, en
donde X es seleccionado del grupo que consiste en cloro,
bromo, yodo, metoxi, etoxi y acetoxi.

15

6. La composición de acuerdo con la reivindicación 3, en
donde dicha composición además comprende un silano
completamente hidrolizable capaz de la condensación
hidrolítica a gel de sílice.

20

7. La composición de acuerdo con la reivindicación 6, en
donde dicho solvente además comprende un agente de secado
reactivo.

8. La composición de acuerdo con la reivindicación 1, en donde la parte de perfluoroalquilo del radical de perfluoroalquilalquilo es seleccionada de C_8F_{17} a $C_{12}F_{25}$.

5 9. La composición de acuerdo con la reivindicación 1, en donde dicho solvente comprende un solvente seleccionado del grupo que consiste en tolueno, acetona, nafta y mezclas de éstos.

10 10. La composición de acuerdo con la reivindicación 9, en donde R' es seleccionado del grupo que consiste en metilo, etilo, vinilo y propilo.

11. La composición de acuerdo con la reivindicación 9,
15 en donde dicha composición además comprende un silano completamente hidrolizable capaz de la condensación hidrolítica a gel de sílice.

12. Un método para producir una superficie no humectante
20 sobre un substrato que comprende las siguientes etapas:

preparar una solución de un silano de perfluoroalquilalquilo seleccionado de los compuestos que tienen la fórmula general $R_mR'_nSiX_{4-m-n}$, en donde R es un radical de perfluoroalquilalquilo, R' es un radical de

alquilo o vinilo, m es 1 n es 0 ó 1 y X es seleccionado del grupo que consiste en radicales de halógeno, alcoxi y aciloxi, en donde la parte de perfluoroalquilo del radical de perfluoroalquilalquilo es seleccionada de CF_3 a $C_{30}F_{61}$ en un
5 solvente, dicho solvente consiste esencialmente en un solvente aprótico que tiene una tensión de superficie al menos de 5 dinas por centímetro mayor a la energía libre de superficie del substrato, un punto de ebullición lo suficientemente alto para prevenir la evaporación completa
10 del solvente durante la aplicación y que se selecciona del grupo que consiste en tolueno, nafta, clorobenceno, éteres, cetonas, compuestos orgánicos perfluorados y mezcla de éstos; contactar una superficie del substrato con la solución, en donde el punto de ebullición del solvente previene la
15 evaporación completa del solvente durante la aplicación de la solución a la superficie del substrato.

13. El método de acuerdo con la reivindicación 12, en donde el solvente tiene un punto de ebullición al menos de
20 $65^{\circ}C$.

14. El método de acuerdo con la reivindicación 13, en donde dicha etapa de preparación además incluye la solución

que comprende un silano completamente hidrolizable capaz de la condensación hidrolítica a gel de sílice.

15. El método de acuerdo con la reivindicación 12, en
5 donde dicho solvente además comprende un agente de secado reactivo.

RESUMEN

Se describen una composición y un método para proporcionar a un sustrato tal como vidrio, plástico, metal, sustrato
5 revestido de polímero inorgánico o sustrato revestido inorgánico una superficie no humectante duradera. La composición incluye un perfluoroalquilalquilsilano seleccionado entre compuestos que tienen la fórmula general $R_mR'_nSiX_{4-m-n}$, donde R es un radical perfluoroalquilalquilo, R'
10 es un radical alquilo o vinilo, $m+n$ no es mayor de 3 y X es seleccionado entre radicales halógeno, alcoxi o aciloxi. El perfluoroalquilalquilsilano está en un solvente tal como un alcano, alqueno, hidrocarburos aromáticos, éter, cetona o hidrocarburo halogenado, que juntos forman una composición que
15 inicialmente humedece la superficie. A medida que el perfluoroalquilalquilsilano reacciona con la superficie, el resto de la composición es repelida por la superficie tratada con perfluoroalquilalquilsilano debido a la diferencia entre la tensión superficial del solvente y la energía libre de la
20 superficie tratada, para la oportuna eliminación del resto de la composición de la superficie tratada.
